

MOON & MOON International

(19) Korean Intellectual Property Office (KR)

(12) Patent Application Publication (A)

(51) Int. Cl. G02F 1/1343	(11) Publication No.: P2002-0096536
(21) Application No.: 10-2001-0035096	(43) Publication Date: December 31, 2002
(22) Application Date: June 20, 2001	
(71) Applicant: SAMSUNG SDI CO., LTD. 575, Shin-dong, Paldal-gu, Suwon, Korea	
(72) Inventor: JEON, YUN HO 106-1102, Hwanggol Maeul Jugong Apts., Youngtong-dong, Paldal-gu, Suwon, Korea CHOI, JAE MAN 203-1303, Daebang Jugong Apts., Daebang-dong, Dongjak-gu, Seoul, Korea	
(74) Agent: KIM, WON HO YOU ME PATENT & LAW FIRM	
Request Exam.: Filed	

(54) Title: METHOD FOR FABRICATING TRANSPARENT THIN FILM BY USING INDIUM TIN OXIDE AND SCREEN DISPLAY DEVICE COMPRISING THE TRANSPARENT THIN FILM

Abstract:

The present invention relates to a method for fabricating transparent thin film by using an Indium Tin Oxide. The transparent thin film is fabricated by the steps of doping a first composition containing a plurality of metal/indium oxide complex particles and a solvent on a substrate, doping a second composition containing metal alkoxide and a solvent on the substrate doped by the first composition, and carrying out heat processing for the obtained result. The transparent thin film enables to increase the shielding effect of the electromagnetic waves by the high conductivity and control the transmissivity according to the content of silver. Also, the transparent thin film is effective for causing hardly any time-variability owing to such an external environment as moisture, and improving brightness owing to a decrease of internal reflection.

REPRESENTATIVE DRAWING

MOON & MOON International

Fig. 1

(57) What is Claimed is:

1. A method for fabricating transparent thin film comprising the steps of:
doping a first composition containing a plurality of metal/indium thin oxide complex particles and a solvent on a substrate;
doping a second composition containing metal alkoxide and a solvent on the substrate doped by the first composition;
and carrying out heat processing for the obtained result.
2. The method for fabricating transparent thin film according to claim 1, wherein said metal/indium thin oxide complex particles are fabricated by the steps of:
compounding an Indium Tin Oxide and a material which is decomposed thermally at a low temperature to be extracted in the form of metal;
and calcining said compound.
3. The method for fabricating transparent thin film according to claim 2, wherein said Indium Tin Oxide is fabricated by adding a pH regulating agent to a solvent containing indium chloride and tin chloride.
4. The method for fabricating transparent thin film according to claim 2, wherein said material which is decomposed thermally at the low temperature to be extracted in the form of metal is fabricated by compounding a metal chloride solvent and a precipitator solvent.
5. The method for fabricating transparent thin film according to claim 4, wherein said precipitator is a compound selected from a group consisting of carbonic acid, citric acid, maleic acid, tartaric acid, lactic acid, and oxalic acid, or sodium, potassium or ammonium chloride thereof.
6. The method for fabricating transparent thin film according to claim 1, wherein said metal alkoxide is metal alkoxide of the following chemical formula 1.

[Chemical formula 1]

$M_1(OR)_x$

(In the above chemical formula 1, M_1 is selected from a group consisting of Si, Ti, Sn,

MOON & MOON International

Zr, Al, and In, R is an alkyl group of carbon number 1 to 4, and x is an integer of 3 to 4.)

7. Screen display device formed with transparent thin film fabricated by the steps of:
 - doping a first composition containing a plurality of metal/indium oxide complex particles and a solvent on a substrate;
 - doping a second composition containing metal alkoxide and a solvent on the substrate doped by the first composition;
 - and carrying out heat processing for the obtained result.

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. 7
602F 1/1343

(11) 공개번호 특2002-0096536
(43) 공개일자 2002년12월31일

(21) 출원번호	10-2001-0035096
(22) 출원일자	2001년06월20일
(71) 출원인	삼성에스디아이 주식회사
	경기 수원시 팔달구 신동 575번지
(72) 발명자	전윤호
	경기도수원시팔달구영통동황골마을주공아파트106동1102호
	최재만
(74) 대리인	서울특별시동작구대방동대방주공아파트203동1303호 김원호, 유미특허법인

설사경구 : 있음

(54) 민동 주석 산화물을 사용한 투명 도전성 박막의 제조 방법 및 이 투명 도전성 박막을 포함하는 화면 표시 장치

19

본 발명은 인듐 주석 산화물을 사용한 투명 도전성 박막의 제조 방법에 관한 것으로서, 상기 투명 도전성 박막은 기판 상에 금속 인듐 주석 산화물 복합체 미립자 및 용매를 포함하는 제 1 조성물을 도포하고, 제 1 조성물을 도포된 기판에, 금속 알록사마이드 및 용매를 포함하는 제 2 조성물을 도포하고, 얻어진 생성을 물을 염처리하는 공정으로 제조된다. 상기 투명 도전성 박막은 수분 등 외부 환경에 의한 증가하고, 은의 한량에 따라 투과율을 조절할 수 있고, 투명 도전성 박막은 항상 효과가 있다.

845

五

주석: 이동, ITO

三

도영의 전문학·설연

도 1은 예상되는 실시예에 따라 제조된 통증제거제를 도전경험자의 통과율을 나타낸 그래프이다.

별역의 삼세로 출연

한국의 문학

보령이 속하는 기술분야 및 그 분야의 주요기술

[산업상 이용 분야]

본 발명은 인들 주석 산화물을 사용한 투명 도전성 박막의 제조 방법 및 이 투명 도전성 박막을 포함하는 화면 표시 장치에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 도전성 및 투명성이 우수한 인들 주석 산화물을 사용한 투명 도전성 박막의 제조 방법에 관한 것이다.

[증래 기술]

화면 표시 장치의 투명 도전성 박막으로는 휘도를 떨어뜨리지 않기 위해 투광성과 도전성이 우수한 주석이 도핑된 인듐 산화물(tin doped indium oxide)(이하 '인듐 주석 산화물(indium tin oxide: ITO)이라 할)이 주로 사용되어 왔다. 그러나 최근에 화면 표시 장치가 점차 고정세화, 대형화해감에 따라 도전성이 더 우수한 물질이 요구되어 그에 관한 연구가 많이 이루어지고 있다. 그 예로 대한 민국 특허 공개 제 99-36505 호에 팔리듐과 은이 혼합된 투명 도전막 형성용 조성물이 기재되어 있고, 미국 특허 제 6,157,125 호에는 도전성 입자로 은을 사용한 은 슬러리액으로 형성된 도전성 반사 방지막이 기술되어 있으며, 대한 민국 특허 공개 제 99-64113 호에는 탄소 미세 섬유와 도전성 금속 산화물을 혼합된 투명 도전막이 기술되어 있다. 그러나 상술한 방법들은 모두 도전성이 높은 금속의 쿨로이드를 사용하므로 일정

두께 이상으로 막을 형성하면 반사율이 급격하게 증가하여 광투과율이 낮아지므로 막의 두께가 많아야 한다. 이러한 제한 때문에 막의 균일도가 정확히 제어되지 않으면 약간의 불균일에도 불량이 생기는 경우가 많다.

또한, 일본 특허 공개 평 7-258862 호에는 인듐 주석 산화물보다 도전성이 더 우수한 Au, Ag, Pt, Cu, Ni, Pb, Co, Cd, Pd, Rh, Ru 또는 Sr의 금속염 사용이 기재되어 있다. 일본 특허 공개 평 7-258862 호는 상기 금속염 용액에 도전성 미립자를 첨가하여, 도전성 미립자 표면을 금속염으로 코팅하는 방법으로서, 이 방법은 상기 금속염들이 표면에 있어서, 금속염 양이 증가할 경우 분산도가 급격히 저하되어 입자들이 뭉쳐 덩어리가 형성될 수 있다. 따라서, 금속염을 소량 사용하여야 하므로 도전성 향상 효과가 미미하다.

금속 콜로이드와 주석 첨가 산화 인듐을 단순히 혼합하여 코팅할 수도 있다. 그러나 금속 콜로이드는 도료로 사용할 만큼의 농도로 분산하기 위해서는 정전기적 반발력을 부가해주는 분산제(예를 들어 구연산나트륨 2수화물)를 사용해야하는데 주석 첨가 산화 인듐을 금속 콜로이드와 혼합하여 사용하면 주석 첨가 산화 인듐만으로 이루어진 막보다 도전성이 오히려 감소하여 바람직하지 않다.

발명이 이루고자 하는 기술적 조성

본 발명은 상술한 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 본 발명의 목적은 도전성 및 투과성이 우수한 인듐 주석 산화물을 사용한 투명 도전성 박막의 제조 방법을 제공하는 것이다.

본 발명의 다른 목적은 상기 투명 도전성 박막을 포함하는 화면 표시 장치의 제조 방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 기판 상에 금속 인듐 주석 산화를 복합체 미립자 및 용매를 포함하는 제 1 조성을 도포하고, 제 1 조성을 도포된 기판에, 금속 알록사이드 및 용매를 포함하는 제 2 조성을 도포하고; 열처리 온도에서 열분해되어 금속으로 석출될 수 있는 물질을 제조하여, 미 둘을 혼합하는 방법을 제공하는 것이다.

본 발명은 또한 상기 제조 방법으로 제조된 투명 도전성 박막을 포함하는 화면 표시 장치를 제공한다.

이하 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

본 발명은 금속 인듐 주석 산화를 복합체 미립자를 포함하는 투명 도전성 박막 조성을 이용하여 투명 도전성 박막을 형성하는 방법에 관한 것이다.

이 제조 방법은 먼저, 기판 상에 금속 인듐 주석 산화를 복합체 미립자 및 용매를 포함하는 제 1 조성을 도포한다.

상기 금속 인듐 주석 산화를 복합체 미립자는 인듐 주석 수산화물을 미리 형성하고, 낮은 온도, 즉 400°C 이상, 하소 공정의 열처리 온도 미하의 낮은 온도에서 열분해되어 금속으로 석출될 수 있는 물질을 제조하여, 미 둘을 혼합하는 방법을 사용하는 방법으로 제조된 것을 사용한다.

이 제조 방법을 더욱 상세히 살펴보면, 인듐 주석 수산화물과 낮은 온도에서 열분해되어 금속으로 환원될 수 있는 물질을 혼합한다. 상기 인듐 주석 수산화물은 인듐염과 주석염을 사용하여 공형 방법으로 제조한다. 즉, 인듐염과 주석염을 물에 용해하고, 이어서 이 혼합물의 pH를 조절하면 인듐 주석 수산화물이 형성된다. pH 조절은 상기 혼합물에 pH 조절제를 첨가하여 실시하여, 상기 pH 조절제로는 아를 증가시킬 수 있는 일칼리 퀄질로는 어떠한 것도 사용할 수 있으며, 그 예로는 암모니아 수 또는 암모니움 하이드로젠 카보네이트($\text{ammonium hydrogen carbonate}$)를 사용할 수 있다. 상기 인듐염으로는 인듐을 포함하는 화합물은 어떠한 것도 사용할 수 있으며, 그 대표적인 예로 염화 인듐, 잘산 인듐 또는 활산 인듐을 사용할 수 있으며, 상기 주석염으로는 주석을 포함하는 화합물은 어떠한 것도 사용할 수 있으며, 그 대표적인 예로 염화 주석을 사용할 수 있다.

상기 낮은 온도에서 열분해되어 금속으로 환원될 수 있는 물질(이하 저온 열분해성 금속 를 저온 할)은 제 1 용매에 용해된 금속염 용액과 제 2 용매에 용해된 분산제 용액을 혼합하여 제조한다. 두 용액을 혼합하면, 금속염과 침전제가 반응하여 저온 열분해성 금속 를 질미석출된다. 상기 금속염에서 금속으로는 주로 공정의 하소 공정의 열처리 온도 미하 내지 400°C 이상에서 열분해되어 금속으로 석출될 수 있는 금속은 어떠한 것도 사용할 수 있으며, 그 대표적인 예로 AgNO_3 와 같은 질산염이 대표적으로 사용될 수 있다.

상기 침전제로는 탄산, 구연산(citric acid), 말레인산(maleic acid), 타르타르산(tartaric acid), 젖산(lactic acid) 또는 옥살린산(oxalic acid)을 사용할 수 있으며, 또한 이들의 나트륨, 칼륨 또는 암모늄 염을 사용할 수 있다.

열처리 인듐 주석 수산화물과 저온 열분해성 금속 를 질을 혼합하고 이를 하소한다. 하소 공정에서 인듐 주석 수산화물은 인듐 주석 산화물로 전환되고, 저온 열분해성 금속 를 질이 분해되어 금속으로 석출되면서, 생성된 인듐 주석 산화물에 반해, 금속이 반한 인듐 주석 산화를 복합체 미립자가 제조된다. 상기 하소 공정은 400°C 이상에서 실시하는 것이 적당하며, 400°C 미만일 경우에는 결정질이 형성되지 않아 목적하는 산화물이 제조되지 않는다. 상기 인듐 주석 수산화물과 저온 열분해성 금속 를 질의 혼합 비율은 투과율과 도전성 조절 목적에 따라 적절하게 조절할 수 있다. 즉, 저온 열분해성 금속 를 질의 사용량이 증가하면(즉, 금속의 양이 증가하면), 투과율은 감소하고 도전성은 향상되거나 비슷한 수준을 유지한다.

하소된 인듐 주석 산화물을 투명 도전성 조성을에 그대로 사용할 수도 있고, 도전성을 더 향상시키기 위하여 환원 분위기 또는 비활성 분위기에서 소둔(annealing)시켜 사용할 수도 있다. 상기 소둔 공정은 환원 분위기에서 실시할 경우 250°C 내지 500°C에서 실시하는 것이 바람직하다. 250°C 미만에서 실시할 경

우에는 환원 반응이 일어나지 않고, 500°C보다 높은 온도에서 실시할 경우에는 환원 반응이 너무 심하게 발생되어 인듐 주석 산화물의 매트릭스(matrix)가 붕괴될 수 있어 바람직하지 않다. 비활성 분위기에서 소운시킬 경우 300°C 이상에서 실시하는 것이 바람직하다.

형성된 금속·인듐 주석 산화물 복합체는 일차 입자 크기가 5 내지 50nm의 평균 입경을 갖는 미립자이다.

상기 금속·인듐 주석 산화물 복합체 미립자는 인듐 주석 산화물을 매트릭스에 금속이 박힌 형태로서 입자 표면이 주로 도전성 산화물로 이루어져서 분산제를 사용하지 않고 애조절만으로도 고농도로 분산시킬 수 있다. 따라서 고농도 클로마드를 형성할 수 있으므로, 본 발명의 금속·인듐 주석 산화물 복합체 미립자는 투명 전극용 도료 및 페이스트 및 투명 도전성 박막을 제조하는데 사용되는 투명 도전성 조성을에 유용하게 사용될 수 있으며 이외에도 스퍼터 탄전 제조에도 사용될 수 있다. 본 발명의 금속·인듐 주석 산화물 복합체 미립자를 포함하는 투명 도전성 조성을에서 고형분인 금속·인듐 주석 산화물을 복합체 미립자의 함량은 0.01 내지 80 중량%가 바람직하다. 투명 도전성 조성을에서 고형분의 함량이 0.01 중량% 미만일 경우에는 도전성을 갖는 박막이 형성되지 않고, 80 중량%를 초과하는 경우에는 거의 분말 상태로 되어 투명 도전막 형성용 슬러리로 사용하기가 어려운 문제점이 있다.

상기 투명 도전성 조성을 용매를 20 내지 99.99 중량% 포함하며, 용매로는 메탄올, 에탄올 또는 n-부탄올의 알콜류를 주로 사용하나 사용 용도에 따라 알콜류외의 유기용매와 물도 사용할 수 있다.

상기 투명 도전성 조성을은 이외에도 용도에 따라 당해 분야에서 널리 알려진 부가적인 첨가물을 더욱 포함할 수 도 있다. 예를 들어, 투명성을 더욱 향상시키기 위해 규소, 알루미늄, 자르코늄 또는 세륨 등의 무기 미립자, 또는 막 강도를 향상시키기 위해 폴리에스터로 수지, 아크릴 수지, 에폭시 수지, 실란(silane) 등의 반민더를 더욱 포함할 수 도 있으며, 이를 포함할 경우 그 사용량은 목적에 따라 적절하게 조절할 수 있다.

상기 제 1 조성을 기판에 도포하는 방법은 조성을 기판에 균일하게 도포할 수 있는 방법이면 되며, 특별히 제한되지는 않는다. 그러나 대표적인 방법은 스플래팅, 스프레이 코팅, 침착 코팅 등을 수 있다. 또한, 상기 기판으로는 특별히 종류를 제한하지는 않으며, 유리, 플라스틱 등을 사용할 수 있다.

이어서, 제 1 조성을이 도포된 기판을 건조하여 제 1 코팅막을 형성한다. 이어서, 제 1 코팅막이 기판에 견고하게 부착시키고, 제 1 코팅막을 보호하기 위하여, 제 1 코팅막이 형성된 기판에 제 2 조성을 도포한다. 이 제 2 조성을은 금속 알록사이드 및 용매를 포함한다.

상기 금속 알록사이드로는 하기 화학식 1의 금속 알록사이드를 사용하는 것이 바람직하다.

[화학식 1]

$M_x(OR)_y$

(상기 화학식 1에서, M_x은 Si, Ti, Sn, Zr, Al 및 In으로 이루어진 군에서 선택되는 것이고, 상기 R은 탄소수 1 내지 4의 알킬기이고, x는 3 내지 4의 정수임)

상기 용매로는 메탄올, 에탄올, n-부탄올과 같은 알콜 용매, 물 또는 이들의 혼합 용매를 사용할 수 있다.

마지막으로, 도전성을 더욱 향상시키기 위하여, 상기 제 2 조성을은 도전성 금속염을 더욱 포함할 수 도 있다. 상기 도전성 금속염은 제 1 조성을에서 사용한 도전성 금속염은 어떠한 것도 사용할 수 있다.

상기 제 2 조성을은 금속 알록사이드의 가수 분해를 촉진하기 위하여 질산, 염산과 같은 산을 더욱 포함할 수 도 있다.

이어서, 제 2 조성을이 도포된 기판을 건조하여 제 1 코팅막 위에 제 2 코팅막을 형성한다. 도전성 금속염을 더욱 포함하는 제 2 조성을 사용할 경우, 이 건조 공정에 따라 제 2 조성을에 포함되어 있는 금속 알록사이드의 틀-겔 반응에 의하여 매트릭스 구조가 형성되고 이 매트릭스 구조 내로 금속 이온이 도핑되거나, 금속 이온이 금속 알록사이드와 결합하면서 제 2 코팅막에도 금속 이온이 존재하게 된다. 결과적으로, 제조된 투명 도전성 박막은 제 1 코팅막과, 미 제 1 코팅막 상부에 형성된 제 2 코팅막 모두에 금속 미립자가 존재하게 되므로 도전성이 매우 증가될 수 있게 된다.

상기 제 1 및 제 2 코팅막이 형성된 기판을 그대로 사용할 수 도 있고, 제 2 코팅막 위에 제 2 조성을 이용하여 요철이 형성되도록 코팅하여, 표면에서 난반사가 일어나는 난반사층을 더욱 형성할 수도 있다.

이와 같은 투명 도전성 박막은 칼라 음극선관 또는 플라즈마 디스플레이 패널 등과 같은 화면 표시 장치에 전자파 차폐막으로 유용하게 사용될 수 있다.

이하 본 발명의 바람직한 실시예 및 비교예를 기재한다. 그러나 하기한 실시예 및 비교예는 본 발명의 바람직한 일 실시예일 뿐 본 발명이 하기한 실시예에 한정되는 것은 아니다.

(실시예 1)

염화인듐 4수화물($InCl_3 \cdot 4H_2O$) 40g과 염화 주석 5수화물($SnCl_4 \cdot 5H_2O$) 1.31g를 500mL의 순수에 용해하고, 여기에 4M 암모니아 수 200mL를 첨가하였다. 그 결과 인듐 주석 수산화물이 공침되어 형성되었으며, 양어진 인듐 주석 수산화물을 세척하였다.

$AgNO_3$ 0.53g를 순수 25mL에 녹인 은염 용액과 구연산 나트륨 2수화물($Na_2C_4H_5O_6 \cdot 2H_2O$) 0.91g를 25mL에 녹인 첨가제 용액을 혼합하여 구연산 은을 제조하고, 제조된 구연산 은을 세척하였다.

상기 인듐 주석 수산화물과 구연산 은을 균일하게 혼합하여 건조한 후 700°C에서 2시간 하소하여 은 입자가 박힌 인듐 주석 산화물을 복합체 미립자, 즉 은·인듐 주석 산화물을 복합체 미립자를 얻었다.

제조된 은·인듐 주석 산화물을 복합체 미립자 2.1g을 메탄올 20g, 에탄올 67.9g 및 n-부탄을 10g의 혼합

용매에 분산시켜 제 1 조성을(도포액 A라 칭함)을 제조하였다. 테트라에틸 오르토실리케이트 4.5g를 메탄을 30g, 에탄을 50g, n-부탄을 12g 및 순수 4g의 혼합 용매와 혼합하고, 여기에 질산 0.6g 및 질산은(AgNO_3) 0.047g를 첨가하고 실온에서 약 24시간 동안 교반하여 제 2 조성을(도포액 B라 칭함)을 준비하였다.

깨끗하게 세정된 유리 패널을 약 90rpm으로 회전하면서 상기 도포액 A를 50cc 놓고 유리 패널의 회전 속도를 약 150rpm으로 상승시켰다. 그리고나서 도포액 B를 60cc 놓고 도포액 A와 동일한 방법으로 도포하였다. 그후 건조하여 패널 표면 온도를 200°C로 유지시키고 30분간 소성하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

(실시예 2)

코팅한 패널을 240°C에서 소성한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 실시하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

(실시예 3)

AgNO_3 1.33g를 순수 25㎖에 녹인 은염 용액과 구연산 나트륨 2수화물($\text{Na}_2\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 2.3g를 25㎖에 녹인 첨가제 용액과 혼합하여 구연산 은을 만든 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

(실시예 4)

AgNO_3 2.86g를 순수 25㎖에 녹인 은염 용액과 구연산 나트륨 2수화물($\text{Na}_2\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 4.81g를 25㎖에 녹인 첨가제 용액과 혼합하여 구연산 은을 만든 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

(실시예 5)

AgNO_3 6.44g를 순수 25㎖에 녹인 은염 용액과 구연산 나트륨 2수화물($\text{Na}_2\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 11.14g를 25㎖에 녹인 첨가제 용액과 혼합하여 구연산 은을 만든 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

(비교예 1)

염화인듐 4수화물($\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 4g과 염화주석 5수화물($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 1.31g를 500㎖의 순수에 용해하고, 여기에 4M 암모니아 수 200㎖를 첨가하였다. 그 결과 인듐 주석 수산화물이 공집되어 형성되었으며, 형성된 인듐 주석 수산화물을 세척하였다. 세척한 인듐 주석 수산화물을 건조한 후, 700°C에서 2시간 하소하여 주석 첨가 산화 인듐 미립자를 얻었다.

주석 첨가 산화 인듐 미립자 2.1g를 메탄을 20g, 에탄을 67.9g 및 n-부탄을 10g의 혼합 용매에 분산시켜 제 1 조성을(도포액 A라 칭함)을 제조하였다. 테트라에틸 오르토실리케이트(tetraethyl orthosilicate) 4.5g를 메탄을 30g, 에탄을 50g, n-부탄을 12g 및 순수 4g의 혼합 용매와 혼합하고, 여기에 질산 0.6g 및 질산은(AgNO_3) 0.047g를 첨가하고 실온에서 약 24시간 동안 교반하여 제 2 조성을(도포액 B라 칭함)을 준비하였다.

깨끗하게 세정된 유리 패널을 약 90rpm으로 회전하면서 상기 도포액 A를 50cc 놓고 유리 패널의 회전 속도를 약 150rpm으로 상승시켰다. 그리고나서 도포액 B를 60cc 놓고 도포액 A와 동일한 방법으로 도포하였다. 그후 건조하여 패널 표면 온도를 200°C로 유지시키고 30분간 소성하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

(비교예 2)

코팅한 패널의 소성 공정을 240°C에서 실시한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일하게 실시하여 투명 도전성 박막을 형성하였다.

상기 실시예 1, 내지 5 및 비교예 1, 내지 2에 따라 형성된 투명 도전성 박막의 표면 저항을 측정하여 하기 표 1에 나타내었다. 또한, 수분에 의한 변화를 관찰하기 위해, 상기 실시예 1 및 비교예 1의 투명 도전성 박막을 60°C 물에 24시간 동안 침적한 후, 표면 저항을 측정하여 그 결과도 하기 표 1에 나타내었다.

[표 1]

	표면저항[k Ω /□]	첨적 후 표면 저항[k Ω /□]
실시예 1	12	14
실시예 2	7	
실시예 3	7	
실시예 4	11	
실시예 5	13	
비교예 1	12	25
비교예 2	24	

상기 표 1에서, 비교예 1과 비교예 2의 표면 저항이 소성 온도가 증가함에 따라 증가하는 것은 소성 온도가 높아지면 치밀화가 더 일어나기는 하지만 인듐 주석 산화물 입자에 산소가 더 흡착하여 전자의 농도가 감소하여 저항이 증가하게 되는 것으로 생각된다. 그러나 실시예 1과 실시예 2를 비교하면 소성 온도가

증가함에 따라 저항이 감소하는 결과가 나타났다. 이는 인듐 주석 산화를 입자의 산화에 의한 저항 증가보다는 치밀화에 의한 저항 감소가 더 큰 영향을 미침을 알 수 있다.

이 결과로 실시예 1 내지 5에서는 높은 온도에서 소성을 실시할 수 있으므로 화학적 내구성이거나 막경도가 우수한 투명 도전성 박막을 형성할 수 있으나, 비교예 1 내지 2에서는 소성 온도 증가에 따라 저항이 함께 증가하여 높은 온도에서 소성을 실시할 수 없으므로 화학적 내구성이거나 막경도가 우수한 투명 도전성 박막을 제조하기 힘들다는 것을 알 수 있다. 실시예 2 내지 5를 비교하면 은이 약 5 원자%(실시예 3)까지만 저항에 큰 변화가 없으나 그 이상에서는 저항이 차츰 증가하는 것을 알 수 있다.

첨적 후 표면 저항의 결과를 보면, 실시예 1이 비교예 1에 비하여 표면 저항이 낮으므로 수분에 의한 영향이 훨씬 적을 것을 알 수 있으므로 내후성이 우수할 것을 예측할 수 있다.

도 1에 실시예 3의 방법으로 만든 막의 투과율을 맨 유리판을 기준으로 하여 나타냈다. 도 1에서 투과율이 100%가 넘는 것은 맨 유리에서 광원쪽으로 반사가 더 많아 일어나기 때문인 것으로 추정된다. 이러한 예는 실시예 2의 방법으로 만든 17인치 브라운관의 휙도를 측정한 결과와 일치하며 이를 표 2에 나타냈다.

(표 2)

측정 조건	색좌표(a, b)	음극 전류합	전류비(R/G/B)	휘도(ft)
코팅막이 있는 조건(1)	283, 298	626	218/212/199	30.1
코팅막을 벗긴 조건(2)	280, 293	626	218/212/199	29.8
조건 2에서 조건 1과 동일한 색좌표로 맞춘 상태	283, 298	631	216/224/193	30.1

표 2의 결과에서 코팅막이 있는 조건(1)에서의 휙도가 모든 조건은 동일하게 하고 막만 벗겨낸 조건(2)보다 휙도가 높고 막이 없는 상태에서 같은 색좌표를 맞춘 조건(3)이 조건 1과 동일한 휙도를 갖게 하는 전류가 조건 1보다 높은 것으로 보아 휙도 향상 효과가 있는 것으로 볼 수 있다. 이것은 브라운관 패널과 코팅막 등의 계면에서의 반사가 코팅하지 않은 브라운관의 유리에서 반사보다 더 낮은데서 기인하는 것으로 추정된다. 그리고 도 1에서 코팅막이 가사광의 단파장 영역에서 흡수가 크게 일어나는 것을 알 수 있으며, 막의 색을 갈색을 띠다. 이는 표 3에서 알 수 있는데, 같은 색좌표를 맞추기 위해 청색의 전자총 전류가 증가시켜야 하는 것으로부터 단파장 영역에서 빛을 더 흡수함을 알 수 있다.

3.3.2. 코팅의 효과

상술한 바와 같이, 본 발명은 도전성이 높아 전자파 차폐 효율이 증가하고 은의 흡광에 따라 투과율을 조절할 수 있는 투명 도전성 박막을 제조할 수 있고, 이 투명 도전성 박막은 수분 등 외부 환경에 의한 경시 변화가 거의 없고, 내부 반사 감소에 의한 휙도 향상 효과가 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

기판 상에 금속·인듐 주석 산화를 복합체 미립자 및 용매를 포함하는 제 1 조성을 둘포하고;

제 1 조성을 둘포된 기판에, 금속 알록사이드 및 용매를 포함하는 제 2 조성을 둘포하고;

얻어진 생성물을 열처리하는

공정을 포함하는 투명 도전성 박막의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 금속·인듐 주석 산화를 복합체 미립자는 인듐 주석 수산화물과 낮은 온도에서 열분해되어 금속으로 석출되는 물질을 혼합하고;

상기 혼합물을 하소하는 공정으로 제조되는 것인 제조 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서, 상기 인듐 주석 수산화물은 인듐염과 주석염을 포함하는 용액에 pH 조절제를 첨가하여 제조되는 것인 제조 방법.

청구항 4

제 2 항에 있어서, 상기 낮은 온도에서 열분해되어 금속으로 석출되는 물질은 금속염 용액과 침전제 용액을 혼합하여 제조되는 것인 제조 방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서, 상기 침전제는 탄산, 구연산, 말레인산, 탄르타르산, 락탐산 및 옥살린산으로 이루어 진 군에서 선택되는 화합물 또는 이들의 나트륨, 칼륨 또는 암모늄염인 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서, 상기 금속 알록사이드는 하기 화학식 1의 금속 알록사이드인 제조 방법.

[화학식 1]

 $M_x(R)$

(상기 화학식 1에서, M_x 은 Si, Ti, Sn, Zr, Al 및 In으로 이루어진 군에서 선택되는 것이고, 상기 R은 단 소수 1 내지 4의 일킬기이고, x는 3 내지 4의 정수임)

청구항 7

기판 상에 금속·인듐 주석 산화물 복합체 마립자 및 용매를 포함하는 제 1 조성물을 도포하고;

제 1 조성물이 도포된 기판에, 금속 알록사이드 및 용매를 포함하는 제 2 조성물을 도포하고;

얼어진 생성물을 열처리하는

공정으로 제조된 투명 도전성 박막이 형성된 회면 표시 장치.

도면

도면 1

